

UOT 546:001(091)

BAYRAM RZAYEV¹, SEVDA ƏLİYEV²

DARIDAĞ SÜRMƏ FİLİZİNDƏN SÜRMƏ(III) SULFİDİN VƏ TALLİUM TİOANTİMONATIN ALINMA ŞƏRAİTİNİN TƏDQIQI

Filiz xammalının açılaraq məhlula keçirilməsində son dövrlər hidrometallurji metodların rolu xeyli artmışdır. Bu metodlar kasıb filiz və konsentratlara tətbiqən daha effektivdir. Bunu nəzərə alaraq Darıdağ sürmə filizinin məhlula keçirilməsində natrium sulfid məhlulundan istifadə edilmişdir. Natrium sulfid olduqca asan alınır və ucuzdur. İşdə filizin makrokomponentlərə görə tərkibi analiz olunmuş və filizin seçmə nümunəsində 64,91% Sb_2S_3 olduğu müəyyən edilmişdir. Eyni zamanda filiz 32 elementə görə spektral analiz olunmuşdur. Natrium sulfidin filizdən sürmə sulfidinin çıxımına təsiri öyrənilmiş və müəyyən olmuşdur ki, $Sb_2S_3:Na_2S$ nisbəti 1:1,25 olduqda çıxım 97,8% təşkil edir. Sürmə sulfidin çıxımına temperatur əsaslı təsir edir. 20°C-də çıxım 72,61% təşkil etdiyi halda, 80°C-də artaraq 97,95%-ə çatır. Əsas başlanğıc maddə kimi sürmə sulfidindən istifadə edərək natrium tiostibiata alınmışdır. Natrium tiostibiata tallium nitratın qarşılıqlı təsirdən tallium tiostibiata alınmışdır. Tallium tiostibiata termografik analizi aparılmışdır.

Açar sözlər: sürmə filizi, sürmə(III) sulfid, açılma, kimyəvi analiz, spektral analiz, natrium tioantimonat, termografik analiz.

Hazırkı dövrdə əsasən kasıb polimetallik filizlərə rast gəlinmir. Onların zənginləşdirilməsində də kasıb konsentratlar alınır. Bu konsentratları mövcud metodlarla işlədikdə əsas və həm də qeyri-əsas metalların itkisi çox olur. İstifadədə olan əlvan metalların pirometallurji üsulların monometallik filiz və konsentratlara tətbiqi effektivdir. Kasıb filiz və konsentratlara gəldikdə, yeni və daha effektiv metodların işlənməsi tələb olunur. Bununla bağlı son illər filizin məhlula keçirilməsində kompleks əmələgətiricilərdən istifadəyə əsaslanan hidrometallurji proseslər geniş inkişaf tapmışdır.

Sürmə xammalının məhlula keçirilməsinin orijinal metodlarından biri filizin və konsentratların qələvi-sulfid məhlulları ilə işlənməsidir. Bu halda sürmənin ərintilərdə və suda həll olan tio- və oksibirləşmələri əmələ gəlir. Əsasən bu məqsədlə natriumun sulfobirləşmələrindən, xüsusilə natrium sulfidindən istifadə olunur. Başqa qələvi metal sulfidlərlə müqayisədə natrium sulfidindən istifadənin böyük üstünlüyü onun ucuz və asan əldə olunmasıdır. Natrium sulfid ehtiyatı milyon tonlarla ölçülən natrium sulfatın reduksiyasından alınır. Eyni zamanda natrium sulfat bir çox kimyəvi birləşmələrin – xlorid turşusunun natrium xloriddən alınmasında, xrompikin istehsalında tullantı hesab olunur. Bunlardan başqa natrium sulfidindən istifadənin daha bir üstünlüyü onun sürmənin həm sulfid və həm də oksid formasına tətbiq edilə bilməsidir. Qeyd olunanları nəzərə alaraq natrium sulfidin sürmə filizinin açılaraq məhlula keçirilməsində tətbiqinə dair aşağıdakıları demək olar: birinci sürmə filizi sadə dəyişmə reaksiyası üzrə maksimum miqdarda məhlula keçir, ikinci bu metod kasıb filiz və konsentratlara da müvəffəqiyyətlə tətbiq oluna bilər, nəhayət, üçüncü sürmə filizlərində rast gəlinən pirit, xalkopirit, qalenit və başqa qarışıqlara natrium sulfid təsir etmir.

Sürmə(III) sulfidin geniş praktiki əhəmiyyətini və ucuz xammal bazasının olmasını nəzərə alaraq, onun Darıdağ sürmə filizinin seçmə nümunəsindən alınması üçün metod işləməyi qərara

aldıq. Darıdağ sürmə filizindən seçmə nümunələr gətirib əsas komponentlərə görə analiz edildi. Əvvəl sürmənin filizdə miqdarı təyin edildi. Bunun üçün 1,2465 q nümunə 10%-li natrium sulfid məhlulunda həll edildi: $Sb_2S_3 + 3Na_2S = 2Na_3SbS_3$. Həllolmayan hissə süzülərək ayrılır və süzəntüdə sürmə bromometrik və çəki metodları ilə təyin edilir. Müəyyən olundu ki, filizdə 64,85% Sb_2S_3 vardır. Filizin tam analizi aşağıdakı cədvəldə verilir.

Cədvəl 1

Sürmə filizinin kimyəvi analizi

Nümunə, q	Tərkibdə komponentlər									Cəmi, %
	Sb_2S_3	Sb_2O_3	S	R_2O_3	SiO_2	Ca	Mg	Na+K	nəmlik	
2,0000	64,90	21,60	7,08	1,68	1,51	0,68	0,40	0,52	1,02	100,10

Eyni zamanda sürmə filizi spectral analiz edilmişdir. Nəticələr cədvəl 2-də verilir.

sürmə filizi spectral analiz edilmişdir. Nəticələr cədvəl 2-də verilir.

Cədvəl 2

Sürmə filizinin spectral analizi

Be	Tl	Sb	Mn	Sc	Ta	Au	Pb	Mg	Si
yox	yox	>1,0	yox	yox	yox	yox	0,008	0,35	>1,0
Hg	Cr	Fe	Sn	In	Ni	Bi	Al	Ti	Mo
yox	yox	0,3	yox	yox	0,05	yox	0,5	0,02	0,002
Zn	Co	Sr	La	Ge	Ba	Ca	Ag	Cd	As
yox	yox	0,02	yox	yox	0,05	0,6	yox	0,01	~1,0

Filizin natrium sulfid məhlulunda həll olmasının optimal şəraitini müəyyən etmək üçün 1,0335 nümunə üzərinə aramsız qarışdırmaqla müxtəlif miqdarlarda natrium sulfid məhlulu əlavə edilir. Parçalanmadan sonra qarışıq həll olmayan hissədən sıx süzgəc kağızından süzməklə ayrılır, xlorid turşusu ilə turşulaşdırılır. Ayrılan çöküntü – sürmə(III) sulfid 3 №-li Şotta süzgəcdən süzülür və xlorid ionu qurtarana kimi distillə suyu ilə yuyulur. Süzgəc Sb_2S_3 çöküntüsü ilə birlikdə ekskatorada soyudulur və çəkilir. Eyni zamanda Sb_2S_3 -də qarışıqların olmasını nəzərə alaraq, həmin çöküntü xlorid turşusunda həll edilərək sürmə həcmi yodometrik metodla təyin edilir. Nəticələr aşağıdakı cədvəldə verilir.

Cədvəl 3

Natrium sulfidin miqdarının Sb_2S_3 -ün filizdən çıxımına təsiri

$Sb_2S_3:Na_2S$	1 q nümunədən həllolan hissə	Həllolma təhlili
1:0,8	0,402	75,4
1:1,0	0,554	83,7
1:1,2	0,635	97,7
1:1,25	0,36	97,8

Cədvəldəki rəqəmlərdən göründüyü kimi $\text{Sb}_2\text{S}_3:\text{Na}_2\text{S}$ nisbəti 1:1,25 olduqda həllolma praktiki tam olur.

Sürmə(III) sulfidin filizdən çıxımına temperaturun təsiri yoxlanmış nə nəticələr cədvəl 4-də verilir.

Cədvəl 4
Temperaturun sürmə(III) sulfidin çıxımına təsiri

Temperatur, °C	1 q nümunədə həllolan hissə	Həllolma dərəcəsi, %
20	0,472	72,61
40	0,577	88,77
60	0,635	97,46
80	0,636	97,95

Cədvəldəki rəqəmlərdən görünür ki, temperaturu 60°C-ə kimi artırıqda çıxım da artır. Temperaturun sonrakı artımı çıxıma əsaslı təsir etmir. Eyni zamanda prosesin aparılma müddətinin Sb_2S_3 -ün çıxımına təsiri də öyrənilmişdir. Müəyyən olmuşdur ki, prosesin aparılma müddəti uzandıqca çıxım da artır. 30 dəqiqə müddətində çıxım 97,5%-ə çatır.

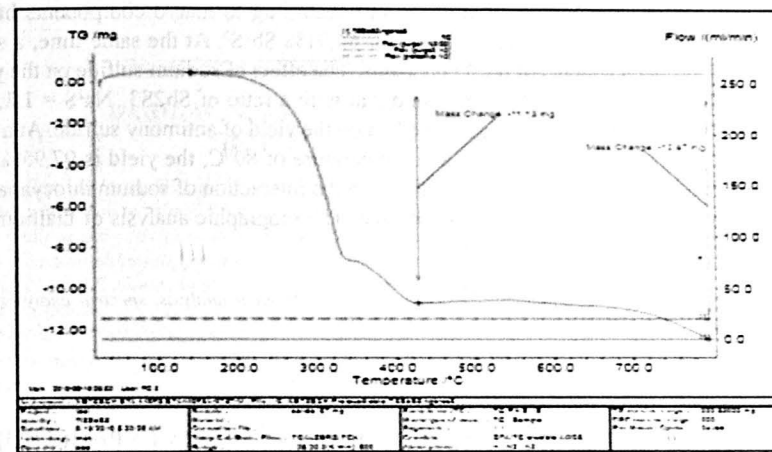
Bərk xammalın həll edilməsində başqa amillərlə yanaşı B:M nisbətinin böyük praktiki əhəmiyyəti vardır. Natrium sulfidin sabit qatılıqda B:M nisbəti 1:2-dən 1:6 qədər həddində təcrübələr aparılmışdır. Praktiki cəhətdən B:M = 1:4 olduğu hal daha əlverişlidir.

Alınmış sürmə(III) sulfiddən istifadə edərək natrium tiostibiati duzu alınmışdır. Bunun üçün sürmə sulfidin üzərinə tərkibində 110-120 q/l olan sürmə sulfid məhlulu əlavə edilir. Götürülən sürmə(III) sulfidin miqdarından asılı olaraq B:M nisbəti = 3 ± 4 olmalıdır. Sonra pulpa reaktora verilərək məhlulda 1 kq sürməyə müvafiq 0,4-0,45 kq hesabı ilə kükürd əlavə edilir. Proses 98-100°C-də mütəmadi qarışdırmaqla 3 saat davam etdirilir. Prosesdə kükürd çatışmadıqda üçvalentli sürmənin Na_3SbS_3 tərkibli birləşməsi əmələ gəlir və ana məhlulda sürmə itkisi çoxalır. Ona görə də kükürd reaksiya üzrə lazım olan miqdardan 20-25% artıq əlavə edilməlidir.

Proses başa çatdıqda sonra pulpa isti halda süzülür. Tərkibində 90-100 q/l sürmə olan süzüntü kristallaşdırılır. Kristallaşmaya verilən məhlulda natrium tioantimonatla yanaşı natrium sulfat, karbonat, sulfid və digər birləşmələr ola bilər. Natrium tioantimonatı həmin birləşmələrdən ayırmaq üçün məhlul kristallaşdırılır.

Kristallaşma prosesi aşağıdakı kimi aparılır: məhlul daima qarışdırılmaqla 3-4 saat, temperatur 80-90°C-dən 18-20°C-ə qədər tədricən endirilməsi. Temperatur 18-20°C-dən aşağı düşdükdə tiostibiatiyla yanaşı digər duzlar da kristallaşaraq məhsulu çirkəndirir. Kristallaşma müddətini aşağı saldıqda duzun kiçik kristalları alınır.

Ən yaxşı halda məhlulu 22-24°C-ə qədər soyutmaq əlverişlidir, bu halda çıxım nisbətən az olsa da məhsul daha təmiz olur. Alınmış natrium tiostibiati adi süzgəc kağızından süzülür, distillə suyu ilə yuyulur, termostatda 110°C-də qurudulur. Nümunənin oksigen mühitində termoqramı çıxarılmalıdır.



Şəkil. Tallium tiostibiatiın oksigen mühitində termoqrafik analiz əyrisi.

Şəkiləki əyrinin izahı sonrakı işlərimizdə veriləcəkdir.

ƏDƏBİYYAT

1. Rzayev B.Z. Sürmənin tiobirləşmələrinin kimyasına dair yeni tədqiqatlar. Naxçıvan: Əcəmi, 2002, 96 s.
2. Бургенов Е.С., Ионова Л.А. Исследование процесса получения Sb_2S_3 из сурьмяных возгонов. Алма-Ата: Химия и хим. техн., 1971, с. 119-122.
3. Караев А.М., Рзаев Б.З. Перспективы использования антимонитовой руды Дарыдагского месторождения. Нахчыван: Аджери, 1988, 33 с.

AMEA Naxçıvan Bölməsi
E-mail: sevdaakerim@90 mail.ru

Bayram Rzayev, Sevda Aliyeva

RESEARCH OF THE EXTRACTION CONDITIONS OF ANTIMONY (III) SULFIDE AND THALLIUM THIOCYANATE FROM THE DARYDAGH ANTIMONY ORE

The role of hydro-metallurgical methods in the diluting of ores and transfer to the solution has been greatly increased in recent years. These methods are more effective in applying to low grade ores and concentrates. Taking this into account, sodium sulfide was used in the transfer of Daridagh antimony ore to the solution. Sodium sulfide is obtained very easily and a very cheap

material. In the study, the composition of the ore according to macro components has been analyzed and determined that the ore contains of 64,91% Sb_2S_3 . At the same time, a spectral analysis of ore has been conducted for 32 elements. The effect of sodium sulfide on the yield of antimony sulfide was studied and it was found that with a ratio of $\text{Sb}_2\text{S}_3 : \text{Na}_2\text{S} = 1:1,25$, the yield was 97,8%. Temperature has a positive effect on the yield of antimony sulfide. At a temperature of 20°C, the yield is 72,61%, and at a temperature of 80°C, the yield is 97,95%. Using antimony sulfide, sodium thiocyanate is obtained. In the interaction of sodium thiocyanate with thallium nitrate, thallium thiocyanate was obtained. Thermographic analysis of thallium thiocyanate has been carried out on the device.

Keywords: *antimony ore, antimony(III) sulfide, dilution, chemical analysis, spectral analysis, sodium thiocyanate, thermographic analysis.*

Байрам Рзаев, Севда Алиева

ИССЛЕДОВАНИЕ УСЛОВИЙ ПОЛУЧЕНИЯ СУЛЬФИДА СУРЬМЫ (III) И ТИОАНТИМОНАТА ТАЛЛИЯ ИЗ ДАРЫДАГСКОЙ СУРЬМЯНОЙ РУДЫ

При переводе рудного сырья в раствор в последнее время широко используются гидрометаллургические методы. Эти методы при использовании бедных руд и концентратов более эффективны. Учитывая это обстоятельство, при переводе Дарыдагской сурьмяной руды в раствор использован раствор сульфида натрия. Сульфид натрия получается очень легко и дешевле обходится. В работе проведен анализ руды и установлено, что в руде содержится 64,91% Sb_2S_3 . А также проведен спектральный анализ руды по 32 элементам. Изучено влияние сульфида натрия на выход сульфида сурьмы и установлено, что при соотношении $\text{Sb}_2\text{S}_3 : \text{Na}_2\text{S} = 1:1,25$ выход составляет 97,8%. Температура оказывает положительное влияние на выход сульфида сурьмы. При температуре 20°C выход составляет 72,61%, а при температуре 80°C выход, повышаясь, составляет 97,95%. Используя сульфид сурьмы, получен тиостибнат натрия. При взаимодействии тиостибната натрия с нитратом таллия получен тиостибнат таллия. На приборе проведен термогравиметрический анализ тиостибната таллия.

Ключевые слова: *сурьмяная руда, сульфид(III) сурьмы, растворение, химический анализ, спектральный анализ, тиостибнат натрия, термогравиметрический анализ.*

(AMEA-nın müxbir üzvü Əliəddin Abbasov tərəfindən təqdim edilmişdir)

Daxilolma tarixi:

İlkin variant 15.10.2019

Son variant 19.12.2019